

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 09142864  
PUBLICATION DATE : 03-06-97

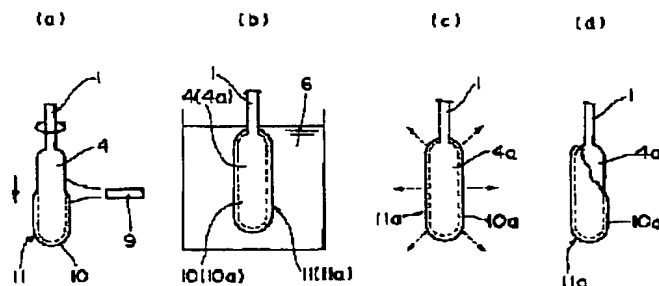
APPLICATION DATE : 29-11-95  
APPLICATION NUMBER : 07310947

APPLICANT : YAZAKI CORP;

INVENTOR : KATO MASAHIKO;

INT.CL. : C03B 37/014 G02B 6/00

TITLE : PRODUCTION OF OPTICAL FIBER  
PREFORM TO WHICH RARE EARTH  
ELEMENT IS ADDED



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To prevent breakage of a preform which occurs when vitrified by a dehydrating and sintering apparatus and improve the yield by preventing crack of a core porous preform to which rare earth element is added.

SOLUTION: A protective layer 10 composed of silica fine particles are deposited around a core porous preform 4 to provide a core porous preform 11 having a protective layer. The core porous preform 11 having the protective layer is immersed into an alcohol solution 6 containing rare earth element chloride to afford a core porous preform 11a having the protective layer to which rare earth element is added. The core porous preform 11a is taken out and dried and the protective layer 10a to which rare earth element is added is removed from the core porous preform 11a and the objective core porous preform 4a to which rare earth element are added is taken out. The core porous preform 4a to which the rare earth element is added is dehydrated and sintered to vitrify the preform.

COPYRIGHT: (C) JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-142864

(43) 公開日 平成9年(1997)6月3日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/014			C 0 3 B 37/014	Z
G 0 2 B 6/00	3 5 6		G 0 2 B 6/00	3 5 6 A

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-310947

(22) 出願日 平成7年(1995)11月29日

(71) 出願人 000006895

矢崎総業株式会社

東京都港区三田1丁目4番28号

(72) 発明者 加藤 雅彦

静岡県沼津市大岡2771 矢崎電線株式会社

内

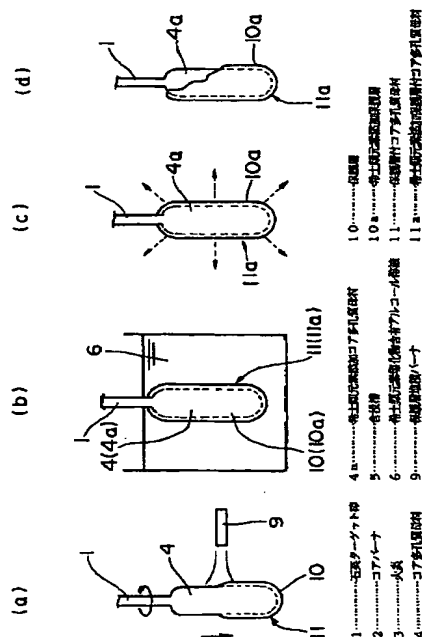
(74) 代理人 弁理士 小林 保 (外1名)

(54) 【発明の名称】 希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 希土類元素添加コア多孔質母材の割れを防止し、脱水・焼結装置で透明ガラス化したときのプリフォームの破壊を防止し、歩留まりを向上する。

【解決手段】 コア多孔質母材4の周りにシリカ微粒子からなる保護層10を堆積させて保護層付コア多孔質母材11を得る。この保護層付コア多孔質母材11を希土類元素塩化物含有アルコール溶液6に浸漬して希土類元素添加保護層付コア多孔質母材11aを得る。これを取り出して乾燥した後、希土類元素添加保護層付コア多孔質母材保護層付コア多孔質母材11aから希土類元素添加保護層10aを除去して希土類元素添加コア多孔質母材4aを取り出す。この希土類元素添加コア多孔質母材4aを脱水・焼結して透明ガラス化する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 軸付け法で堆積させて形成したコア多孔質母材の回りに、シリカ微粒子からなる保護層を堆積させて被覆し、得られた保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液に浸漬して希土類元素添加保護層付コア多孔質母材を得、該希土類元素添加保護層付コア多孔質母材を前記希土類元素塩化物含有アルコール溶液から取り出して乾燥した後、該希土類元素添加保護層付コア多孔質母材から希土類元素添加保護層を除去して取り出した希土類元素添加コア多孔質母材を脱水・焼結して透明ガラス化することを特徴とする希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 2】 上記保護層は、上記コア多孔質母材のかさ密度より低いかさ密度で設けたものである請求項 1 記載の希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法。

【請求項 3】 上記保護層は、浸漬時や乾燥中には剥離してしまうことなく、かつ希土類元素添加コア多孔質母材の乾燥後に、該希土類元素添加コア多孔質母材の表面から容易に剥離できる層数に設けたものである請求項 1 又は 2 記載の希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】光ファイバのコア部に E r (エルビウム)、P r (プラセオジム)等の希土類元素を添加した希土類元素添加光ファイバは、光ファイバ増幅器や光ファイバレーザ等への応用が期待されている。VAD法等の軸付け法により希土類元素添加光ファイバを製造する場合、従来は液浸法と呼ばれる方法により希土類元素の添加を行っていた(例えば、特開平 5 - 3 0 1 7 3 4 号公報参照)。

【0003】この液浸法では、まず図 2 (a) に示すように石英ターゲット棒 1 にコアバーナ 2 の火炎 3 内で合成したガラス微粒子を堆積させてコア多孔質母材 4 を形成する。次に、図 2 (b) に示すように該コア多孔質母材 4 を、含浸槽 5 内の希土類元素塩化物含有アルコール溶液 6 に浸漬して希土類元素添加コア多孔質母材 4 a を得る。次に、該希土類元素塩化物含有アルコール溶液 6 から取り出した希土類元素添加コア多孔質母材 4 a を、図 2 (c) に示すように室温で乾燥し、アルコール分を蒸発させることにより該希土類元素添加コア多孔質母材 4 a 中の希土類元素塩化物を沈着させる。しかる後、該希土類元素添加コア多孔質母材 4 a を、図 2 (d) に示すように電気炉からなる脱水・焼結装置 7 の石英炉心管 8 に入れて、He、O<sub>2</sub>、雰囲気中で脱水・焼結して透明ガラス化する。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このような従来の希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法においては、コア多孔質母材 4 を希土類元素塩化物含有アルコール溶液 6 に浸漬して得た希土類元素添加コア多孔質母材 4 a を室温で乾燥させる際に、アルコールが該希土類元素添加コア多孔質母材 4 a の表面で揮発し、この希土類元素添加コア多孔質母材 4 a の表面は急激に乾燥する。このため、希土類元素添加コア多孔質母材 4 a の表面付近では、このコア多孔質母材 4 a の収縮が顕著に起こる。しかしながら、このコア多孔質母材 4 a の内部では、アルコールの発散が遅いため、乾燥速度が遅く、このコア多孔質母材 4 a の内部の収縮はゆっくりと進む。その結果、このコア多孔質母材 4 a の表面付近とこのコア多孔質母材 4 a の内部との間に応力が発生し、この応力によって該コア多孔質母材 4 a の表面に割れが発生してしまう。

【0005】この希土類元素添加コア多孔質母材 4 a の表面に発生した割れは、脱水・焼結装置 7 において透明ガラス化する際に拡大して、希土類元素添加コア多孔質母材 4 a を製造途中で破壊してしまうことがある。また、この希土類元素添加コア多孔質母材 4 a の表面に発生した割れは、表面状態の劣化を招来し、コアクラッド間に不整合が起こり、作成したブリフォームを線引きして得られた希土類元素添加光ファイバの増幅特性が期待通りの値を示さないことがある。

【0006】本発明の目的は、希土類元素添加コア多孔質母材の割れを防止し、脱水・焼結装置で透明ガラス化したときのブリフォームの破壊を防止し、歩留まりを向上することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】請求項 1 記載の発明に係る希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法にあっては、軸付け法で堆積させて形成したコア多孔質母材の回りに、シリカ微粒子からなる保護層を堆積させて被覆し、得られた保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液に浸漬して希土類元素添加保護層付コア多孔質母材を得、該希土類元素添加保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液から取り出して乾燥した後、該希土類元素添加保護層付コア多孔質母材保護層付コア多孔質母材から希土類元素添加保護層を除去して取り出した希土類元素添加コア多孔質母材を脱水・焼結して透明ガラス化するようにしたものである。このようにコア多孔質母材の回りをシリカ微粒子からなる保護層で被覆し、得られた保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液に浸漬すると、保護層及び保護層を経てコア多孔質母材に希土類元素塩化物含有アルコール溶液が含浸される。これを引き上げて乾燥させると、外側の希土類元素添加保護層の表面からアルコールが揮発し、希土類元素添加保護層は急激な乾燥によって割れが発生する。しかし、希土類元

素添加保護層に包まれた内部の希土類元素添加コア多孔質母材は、希土類元素添加保護層に包まれており、アルコールの揮発が緩やかで希土類元素添加コア多孔質母材の表面からの乾燥速度が抑制されるため、希土類元素添加保護層のような急激な乾燥による割れの発生を防ぐことができる。希土類元素添加保護層に包まれた希土類元素添加コア多孔質母材の乾燥が完了した後に割れによって劣化した希土類元素添加保護層を除去することによって割れの生じていない希土類元素添加コア多孔質母材を得ることができる。

【0008】請求項2記載の発明に係る希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法にあつては、保護層を、コア多孔質母材のかさ密度より低いかさ密度で設けたものである。このように保護層のかさ密度を、コア多孔質母材のかさ密度より低くすると、両者の密度差により該保護層の除去作業を一層容易に行うことができる。

【0009】請求項3記載の発明に係る希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法にあつては、コア多孔質母材を包む保護層が、希土類元素塩化物含有アルコール溶液に浸漬した時、あるいは乾燥中に剥離してしまうようなことがないようにし、コア多孔質母材を包む保護層の層数を、かつ希土類元素添加コア多孔質母材の乾燥後に、該希土類元素添加コア多孔質母材の表面から容易に剥離できる数に設けたものである。このように保護層を設けると、浸漬時や乾燥中には剥離しないが、乾燥後にはコア多孔質母材の表面から容易に剥離させることができる。

【0010】

【発明の実施の形態】図1(a)～(d)は、本発明に係る希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法の実施の形態の一例を示したものである。まず、図1(a)に示すように石英ターゲット棒1に堆積されているコア多孔質母材4を回転しながらその表面に、保護層堆積バーナ9でかさ密度が $0.2 \text{ q/cm}^3$ 以下のシリカ微粒子からなる保護層10を堆積させて被覆し、保護層付コア多孔質母材11を得る。この場合、保護層堆積バーナ9からは、 $\text{H}_2$ 、 $\text{O}_2$ 等の燃焼ガスと、ガラス原料の加水分解反応により生成した $\text{SiO}_2$ 微粒子を噴射して、かさ密度が $0.2 \text{ q/cm}^3$ 以下の保護層10を1～2層堆積させる。このような保護層10のかさ密度は、コア多孔質母材4のかさ密度( $0.2 \sim 0.3 \text{ q/cm}^3$ )より低い。

【0011】次に、図1(b)に示すように保護層付コア多孔質母材11を、含浸槽5内の希土類元素塩化物含有アルコール溶液6に浸漬する。すると、希土類元素塩化物含有アルコール溶液6は、保護層10に含浸し、さらに保護層10を通して多孔質母材4に含浸して、保護層10は希土類元素添加保護層10aとなり、コア多孔質母材4は希土類元素添加コア多孔質母材4aとなり、保護層付コア多孔質母材11から希土類元素添加保護層付コア多孔質母材11aを得る。次に、希土類元素塩化

物含有アルコール溶液6から取り出した希土類元素添加保護層付コア多孔質母材11aを、図1(c)に示すように室温でアルコール分を蒸発させて乾燥する。このようにアルコール分を蒸発させることによって希土類元素添加保護層付コア多孔質母材11a中の希土類元素塩化物をコア多孔質母材に沈着させる。次に、希土類元素添加保護層付コア多孔質母材11aが完全に乾燥したら、希土類元素添加保護層付コア多孔質母材11aの表面の希土類元素添加保護層10aをカッターナイフの刃先等で剥離して図1(d)に示すように内部の希土類元素添加コア多孔質母材4aを取り出す。この希土類元素添加コア多孔質母材4aを取り出す際は、乾燥によって表面の希土類元素添加保護層10aは劣化し割れが生じているので、カッターナイフの刃先等で容易に剥離でき、この際に希土類元素添加保護層10aの内側にある希土類元素添加コア多孔質母材4aを破損させることなく行うことができる。

【0012】この一連の動作から保護層10は、含浸槽5内の希土類元素塩化物含有アルコール溶液6に浸漬した時、あるいは、該アルコール溶液6の浸漬後にアルコールを揮発させる乾燥中に剥離することがなく、かつ乾燥終了後に希土類元素添加コア多孔質母材4aの表面から容易に剥離ができる層数に設けるのが好ましい。しかる後、該希土類元素添加コア多孔質母材4aを、前述した図2(d)に示すような電気炉からなる脱水・焼結装置7の石英炉心管8に入れて脱水・焼結して透明ガラス化する。このように製造すると、表面状態の優れた希土類元素添加コア多孔質母材4aを得ることができる。

【0013】

【実施例】\*コア多孔質母材11aの合成条件

$\text{SiCl}_4$  162 SCCM、キャリア $\text{O}_2$  200 SCCM、 $\text{GeCl}_4$  12.2 SCCM、キャリア $\text{O}_2$  200 SCCM、 $\text{FG-O}_2$  1.2 SLM、 $\text{FG-CH}_4$  1.2 SLM、 $\text{IS}$  6.1 SLM、 $\text{OS}$  200 SCCM(エンドバーナ  $\text{FG-O}_2$  2.8 SLM、 $\text{FG-CH}_4$  3.0 SLM)

\*保護層堆積条件

$\text{SiCl}_4$  1.4 SLM、キャリア $\text{O}_2$  0.9 SLM、 $\text{FG-O}_2$  1.4 SLM、 $\text{FG-CH}_4$  2.0 SLM、 $\text{IS}$  1.0 SLM、 $\text{OS}$  1.24 SLM(エンドバーナ  $\text{FG-O}_2$  5.5 SLM、 $\text{FG-CH}_4$  6.0 SLM)

\*ターン数 2 (往復)

\*コア多孔質母材の特性

$\rho = 0.364 \text{ q/cm}^3$

\*浸漬条件

溶液 アルコール、溶液量 1000 ml、浸漬時間 5 H

\*乾燥条件

雰囲気 大気中、乾燥時間 50 H

この試作では、アルコール浸漬中及び乾燥中におけるコア多孔質母材の割れ防止を目的としたため、アルコール中には $\text{ErCl}_3$ 、や $\text{AlCl}_3$ 等の添加物は加えていな

い。

【0014】

【発明の効果】本発明に係る希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法によれば、コア多孔質母材の周りをシリカ微粒子からなる保護層で被覆し、得られた保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液に浸漬し、これを引き上げて乾燥させるので、外側の希土類元素添加保護層には急激な乾燥により割れが発生するが、内部の希土類元素添加コア多孔質母材には希土類元素添加保護層の存在により乾燥速度が抑制されて割れの発生を防止できる。このため脱水・焼結装置で透明ガラス化したときのブリフォームの破壊を防止でき、歩留まりを向上させることができる。

【0015】また、本発明によれば、コア多孔質母材の表面を平滑に保ったまま希土類元素塩化物を添加できるので、優れた増幅特性をもつ希土類元素添加光ファイバを製造することができる。

【0016】また、シリカ微粒子からなる保護層は希土類元素塩化物含有アルコール溶液浸漬後の乾燥によって割れるので、乾燥後、保護層を希土類元素添加コア多孔質母材の表面から容易に除去することができる。

【0017】さらに、シリカ微粒子からなる保護層によれば、保護層に包まれたコア多孔質母材に希土類元素塩化物含有アルコール溶液浸漬の際、異物を添加することがなく保護することができる。

【0018】さらにまた、保護層のかさ密度を、コア多孔質母材のかさ密度より低くすることにより、両者の密度差により乾燥後に行う該保護層の除去作業を一層容易に行うことができる。

【0019】またさらに、保護層を、希土類元素塩化物含有アルコール溶液浸漬時や希土類元素添加保護層付コア多孔質母材 11a の乾燥中に剥離するようなことな \*

\*く、かつ希土類元素添加保護層付コア多孔質母材 11a の乾燥後にコア多孔質母材の表面から容易に剥離できる層数に設けると、希土類元素塩化物含有アルコール溶液浸漬時や希土類元素添加保護層付コア多孔質母材 11a の乾燥中には剥離しないが、希土類元素添加保護層付コア多孔質母材 11a の乾燥後にはコア多孔質母材の表面から容易に剥離させることができる。

【図面の簡単な説明】

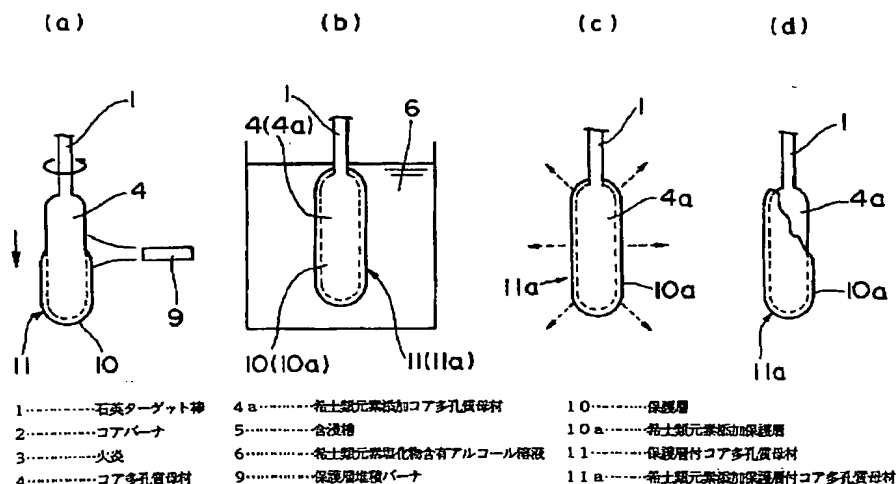
【図 1】(a)～(d) は本発明に係る希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法における実施の形態の一例の工程図である。

【図 2】従来の希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法の工程図である。

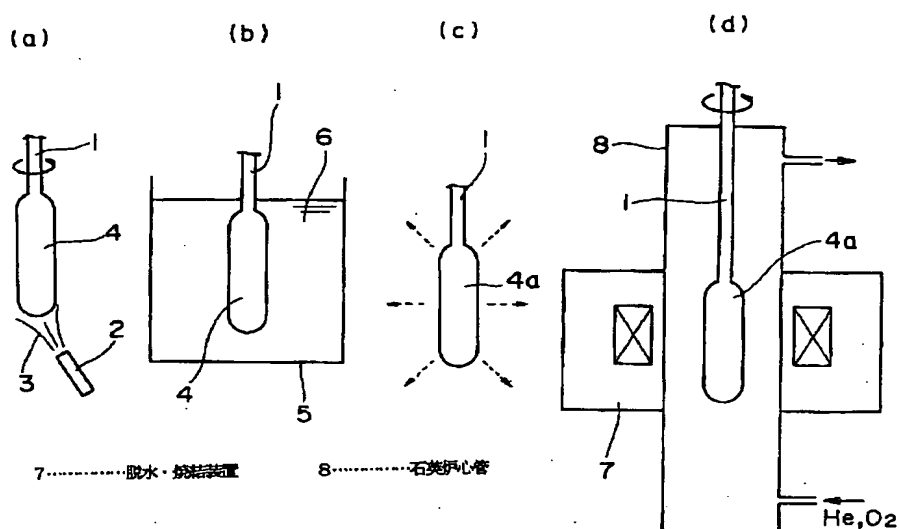
【符号の説明】

- 1 ..... 石英ターゲット棒
- 2 ..... コアバーナ
- 3 ..... 火炎
- 4 ..... コア多孔質母材
- 4a ..... 希土類元素添加コア多孔質母材
- 5 ..... 含浸槽
- 6 ..... 希土類元素塩化物含有アルコール溶液
- 7 ..... 脱水・焼結装置
- 8 ..... 石英炉心管
- 9 ..... 保護層堆積バーナ
- 10 ..... 保護層
- 10a ..... 希土類元素添加保護層
- 11 ..... 保護層付コア多孔質母材
- 11a ..... 希土類元素添加保護層付コア多孔質母材

【図 1】



【図 2】



## 【手続補正書】

【提出日】平成8年5月20日

## 【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正内容】

【0007】

【課題を解決するための手段】請求項 1 記載の発明に係る希土類元素添加光ファイバ母材の製造方法にあっては、軸付け法で堆積させて形成したコア多孔質母材の回りに、シリカ微粒子からなる保護層を堆積させて被覆し、得られた保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液に浸漬して希土類元素添加保護層付コア多孔質母材を得、該希土類元素添加保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液から取り出して乾燥した後、該希土類元素添加保護層付コア多孔質母材から希土類元素添加保護層を除去して取り出した希土類元素添加コア多孔質母材を脱水・焼結して透

明ガラス化するようにしたものである。このようにコア多孔質母材の回りをシリカ微粒子からなる保護層で被覆し、得られた保護層付コア多孔質母材を希土類元素塩化物含有アルコール溶液に浸漬すると、保護層及び保護層を経てコア多孔質母材に希土類元素塩化物含有アルコール溶液が含浸される。これを引き上げて乾燥させると、外側の希土類元素添加保護層の表面からアルコールが揮発し、希土類元素添加保護層は急激な乾燥によって割れが発生する。しかし、希土類元素添加保護層に包まれた内部の希土類元素添加コア多孔質母材は、希土類元素添加保護層に包まれており、アルコールの揮発が緩やかで希土類元素添加コア多孔質母材の表面からの乾燥速度が抑制されるため、希土類元素添加保護層のような急激な乾燥による割れの発生を防ぐことができる。希土類元素添加保護層に包まれた希土類元素添加コア多孔質母材の乾燥が完了した後に割れによって劣化した希土類元素添加保護層を除去することによって割れの生じていない希土類元素添加コア多孔質母材を得ることができる。

(19) Japanese Patent Office (JP)

(12) PATENT DISCLOSURE BULLETIN (A)

(11) Patent Application Disclosure No.: Patent Disclosure 9-142864 (1997)

(43) Disclosure Date: June 3, 1997

(51) Int.Cl <sup>6</sup>	Identification Symbol	Patent Office Assigned Number
--------------------------	-----------------------	-------------------------------

C03B 37/014

G02B 6/00	356
-----------	-----

FI	Technology Display Location
----	-----------------------------

C03B 37/014	Z
-------------	---

G02B 6/00	356A
-----------	------

Search Request: Not yet made

Number of Claim: 3

OL (Total page: 5)

(21) Patent Application No.: Patent Application 7-310947 (1995)

(22) Application Date: November 29, 1995

(71) Applicant 000006895

Yasaki Sogyo K K

4-28, 1-Chome, Mita, Minato-ku, Tokyo

(72) Inventor: M. Kato

c/o Yasaki Electric Wire (Cable) K K

2771 Ooka, Numazu City, Shizuoka-ken

(74) Agent, Attorney: T. Kobayashi and one other person

(54) [Subject of Invention]

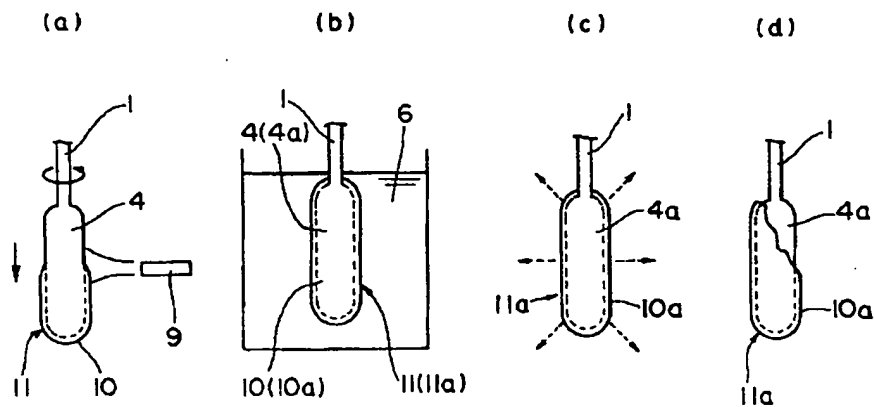
*Manufacturing method of rare earth element doped optical fiber preform*

(57) [Summary]

(58) [Task] The cracking of the rare earth element doped core porous preform is prevented, and during the consolidation to transparent glass in a dehydration & sintering equipment, the breakage to the preform is prevented to enhance the production yield.

[Solving Means] By depositing the protective layer 10 composed of silica fine particles to the circumference of the core porous preform 4, the protective layer attached core porous preform 11 is obtained. This protective layer attached core porous preform 11 is soaked in the alcohol solution 6 containing rare earth element chloride compound to obtain the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a. This is taken out and after drying, the rare earth element doped protective layer 10a is removed from the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a to taken out the rare earth element doped core porous preform 4a. This rare earth element doped core porous preform 4a is dehydrated and sintered to become transparent glass.





1...quartz target rod; 2...core burner; 3...flame; 4...core porous preform;  
 4a...rare earth element doped core porous preform; 5...soaking (impregnation) tub;  
 6...rare earth element chloride compound containing alcohol solution;  
 9...protective layer deposition burner; 10...protective layer;  
 10a...rare earth element doped protective layer; 11...protective layer attached core  
 porous preform; 11a...rare earth element doped protective layer attached core porous  
 preform

[Scope of the Patent Claim]

[Claim Item 1] A manufacturing method of rare earth element doped optical fiber preform having the following characteristics: The protective layer composed of silica fine particles is deposited to cover the circumference of the core porous preform formed by deposition using the axial attachment (deposition) method; the obtained protective layer attached core porous preform is soaked in an alcohol solution containing rare earth element chloride compound to obtain a rare earth element doped-protective layer attached core porous preform; the rare earth element doped protective layer attached core porous preform is taken out from the aforementioned rare earth element chloride compound alcohol solution and dried; after this, the rare earth element doped protective layer is removed from the rare earth element doped-protective layer attached core porous preform; the taken-out rare earth element doped core porous preform is dehydrated and sintered to become transparent glass.

[Claim Item 2] In the manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform described in Claim Item 1, the aforementioned protective layer is set to be lower in the bulk density than the bulk density of the aforementioned core porous preform.

[Claim Item 3] In the manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform described in Claim Item 1 or 2, the aforementioned protective layer is provided in the (necessary) layer number so that the aforementioned protective layer would not be stripped off during the soaking and during the drying and after the drying of the rare earth element doped core porous preform, it can be easily removed (stripped off) from the surface of the rare earth element doped core porous preform.

[Detailed Explanation of the Invention]

[0001]

[The Technical Field Belonging to the Invention] The present invention is related to a manufacturing method of rare earth element doped optical fiber preform.

[0002]

[Conventional Technology] The rare earth element doped optical fibers doped with Er (erbium), Pr (praseodymium), etc. rare earth elements in the core portion of the optical fiber are expected to be applied to optical amplifiers, optical fiber lasers, etc. In the case when a rare earth element doped optical fiber is manufactured by VAD method, etc. axial attachment (deposition) methods, so far, the doping of the rare earth element has been performed by the so called liquid soaking method (for example, cf. Patent Disclosure Bulletin No. 5-301734 [1993]).

[0003] In this liquid soaking method, first of all, as shown in Fig 2 (a), to the quartz target rod, the glass fine particles synthesized inside the flame 3 of the core burner 2 are deposited to form the core porous preform 4. Next, as shown in Fig 2 (b), the core porous preform 4 is soaked in the rare earth chloride compound containing alcohol solution 6 inside the soaking (impregnation) tub 5 to obtain the rare earth element doped core porous preform 4a. Next, the rare earth element doped core porous preform 4a taken out from the rare earth chloride compound containing alcohol solution 6 is dried at room temperature as shown in Fig 2 (c) to evaporate the alcohol content to precipitate-fix the rare earth element chloride compound inside the rare earth element doped core porous preform 4a. After this, the rare earth element doped core porous preform 4a, is, as shown in Fig 2 (d), placed into the quartz furnace core tube 8 of the dehydration-sintering

equipment 7 composed of an electric furnace and dehydrated & sintered in He, O<sub>2</sub> atmosphere to consolidated to transparent glass.

[0004]

[The Problem to be Solved by the Invention] However, in this kind of the conventional manufacturing method of rare earth element doped optical fiber preform, during the drying of the rare earth element doped core porous preform 4a obtained by soaking the core porous preform 4 in the rare earth element chloride compound containing alcoholic solution 6, the alcohol would be evaporated at the surface of the rare earth element doped core porous preform 4a and the surface of the rare earth element doped core porous preform 4a would be abruptly dried. Because of this, at the vicinity of the surface of the rare earth element doped core porous preform 4a, the shrinkage of the core porous preform 4a would occur markedly. But, at the inside of this core porous preform 4a, since the evaporation of the alcohol would be slow, the drying speed would be slower; thus, the shrinkage of inside of the core porous preform 4a would proceed gradually. As a result, a stress would occur between the surface vicinity of this core porous preform 4a and the inside of this core porous preform 4a. By this stress, cracking would occur on the surface of this core porous preform 4a.

[0005] The cracking occurred on the surface of the rare earth element doped core porous preform 4a would be enlarged during the consolidation to glass in the dehydration-sintering equipment 7; in some cases, the rare earth element doped core porous preform 4a would be destroyed during the manufacturing. And, the cracking occurred on the surface of the rare earth element doped core porous preform 4a would induce degradation of the surface condition to cause mismatching between the core and the clad. As a result,

in some cases the amplification performance of the rare earth element doped optical fiber obtained by fiber drawing the prepared preform would not show the expected value.

[0006] The objective of the present invention is to prevent the cracking of the rare earth element doped core porous preform and to prevent breakage to the preform during the consolidation to transparent glass in a dehydration-sintering equipment to enhance the yield.

[0007]

[The Means Used to Solve the Problem] The manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform related to the invention described in Claim Item 1 is set as follows: The protective layer composed of silica fine particles is deposited to cover the circumference of the core porous preform formed by deposition using the axial attachment (deposition) method; the obtained protective layer attached core porous preform is soaked in an alcohol solution containing rare earth element chloride compound to obtain a rare earth element doped-protective layer attached core porous preform; the rare earth element doped-protective layer attached core porous preform is taken out from the aforementioned rare earth element chloride compound alcohol solution and dried; after this, the rare earth element doped protective layer is removed from the rare earth element doped-protective layer attached core porous preform; the taken-out rare earth element doped core porous preform is dehydrated and sintered to become transparent glass. As above, the circumference of the core porous preform is covered by the protective layer composed of silica fine particles; and when the obtained protective layer attached core porous preform is soaked in the rare earth element chloride compound containing alcoholic solution, the rare earth element chloride compound containing alcoholic solution

would be impregnated into the protective layer and the core porous preform (through the protective layer). When it is pulled up and dried, the alcohol would be evaporated from the surface of the rare earth element doped protective layer of the outside; thus cracking would occur to the rare earth element doped protective layer by the abrupt drying.

However, the rare earth element doped core preform of the inside wrapped by the rare earth element doped protective layer would be gradual in alcohol evaporation since it is wrapped inside the rare earth element doped protective layer and the drying speed from the surface of the rare earth element doped core porous preform would be suppressed; thus, the occurrence of the cracking by the abrupt drying encountered in the rare earth element doped protective layer could be prevented. When the rare earth element doped protective layer degraded by the cracking is removed after the completion of the drying of the rare earth element doped core porous preform wrapped by the rare earth element doped protective layer, a rare earth element doped core porous preform without cracking formation can be obtained.

[0008] In the manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform related to the invention described in Claim Item 2, the protective layer is set to be lower in the bulk density than the bulk density of the core porous preform; by the density difference of the two, the removal operation of the protective layer can be performed easier.

[0009] In the manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform described in the invention related to Claim Item 3, it is set so that the protective layer wrapping the core porous preform would not be peeled off during the soaking and during the drying; and it is arranged in the (necessary) layer number so that after the drying of the rare earth element doped core porous preform, it can be easily removed (stripped off)

from the surface of the rare earth element doped core porous preform. By providing the protective layer as above, the protective layer would not be stripped off during the soaking and during the drying, but it can be easily stripped off (separated) from the surface of the core porous preform after the drying.

[0010]

[Implementation Mode of the Invention] Fig 1 (a)—(d) show an example of the implementation mode of the manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform related to the present invention. First of all, as shown in Fig 1 (a), while the core porous preform 4 deposited onto the quartz target rod 1 is being rotated, onto the surface, the protective layer 10 composed of silica fine particles of below  $0.2 \text{ g/cm}^3$  in bulk density synthesized by the protective layer deposition burner 9 are deposited to cover the surface to obtain the protective layer attached core porous preform 11. In this case, from the protective layer deposition burner 9,  $\text{H}_2$ ,  $\text{O}_2$ , etc. combustion gases and the  $\text{SiO}_2$  fine particles formed by hydrolysis reaction of glass raw materials are sprayed to deposit 1 to 2 layers of the protective layer 10 of bulk density below  $0.2 \text{ g/cm}^3$ . The bulk density of this protective layer 10 is lower than the bulk density ( $0.2\text{—}0.3 \text{ g/cm}^3$ ) of the core porous preform 4.

[0011] Next, as shown in Fig 1 (b), the protective layer attached core porous preform 11 is soaked in the rare earth chloride compound containing alcohol solution 6 inside the soaking (impregnation) tub 5. By this, the rare earth chloride compound containing alcohol solution 6 would be impregnated into the protective layer 10 and further be impregnated into the porous preform 4 by passing through the protective layer 10: the protective layer 10 would become the rare earth element doped protective layer 10a and

the core porous preform 4 would become the rare earth element doped core porous preform 4a; thus from the protective layer attached core porous preform 11, the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a would be obtained. Next, the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a taken out from the rare earth chloride compound containing alcohol solution 6 is dried at room temperature as shown in Fig 1 (c) to evaporate the alcohol content. By this, the rare earth element chloride compound inside the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a are precipitated-fixed. Next, when the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a is completely dried, the rare earth element doped protective layer 10a on the surface of the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a can be separated by the knife tip of cutter-knife, etc. to take out the inside rare earth element doped core porous preform 4a, as shown in Fig 1 (d). In the taking-out of this rare earth doped core porous preform 4a, since the surface of the rare earth element doped protective layer 10a has been degraded and cracked by the drying, it can be easily stripped-separated by the knife tip of cutter-knife, etc. In doing this, the rare earth element doped core porous preform 4a inside the rare earth element doped protective layer 10a can be taken out without damaging.

[0012] The protective layer is arranged in the (necessary) layer number so that it would not be stripped off during the soaking in the rare earth chloride compound containing alcohol solution 6 inside the soaking (impregnation) tub 5 or during the drying for evaporating the alcohol after the soaking in the alcohol solution 6 and also that after the drying of the rare earth element doped core porous preform, it can be easily removed



(stripped off) from the surface of the rare earth element doped core porous preform 4a. After this, the rare earth element doped core porous preform 4a is, as shown in Fig 2 (d), placed into the quartz furnace core tube 8 of the dehydration-sintering equipment 7 composed of an electric furnace and dehydrated & sintered to consolidated to transparent glass. By the manufacturing as above, the rare earth element doped core porous preform 4a superior in surface condition can be obtained.

[0013]

[Implementation Example]

--Synthesis Conditions of the Core Porous Preform 11a

SiCl<sub>4</sub> 162 SCCM, Carrier O<sub>2</sub> 200 SCCM; GeCl<sub>4</sub> 12.2 SCCM, Carrier O<sub>2</sub> 200 SCCM; FG-O<sub>2</sub> 1.2 SLM, FG-CH<sub>4</sub> 1.2 SLM; IS 6.1 SLM, OS 200 SCCM (end burner FG-O<sub>2</sub> 2.8 SLM, FG-CH<sub>4</sub> 3.0 SLM)

--Protective Layer Condition

SiCl<sub>4</sub> 1.4 SLM, Carrier O<sub>2</sub> 0.9 SLM; FG-O<sub>2</sub> 1.4 SLM, FG-CH<sub>4</sub> 2.0 SLM; IS 1.0 SLM, OS 1.24 SLM (end burner FG-O<sub>2</sub> 5.5 SLM, FG-CH<sub>4</sub> 6.0 SLM)

--Turn Number: 2 (round trip)

--Property of the Core Porous Preform

$$\rho = 0.364 \text{ g/cm}^3$$

--Soaking Condition

Solution alcohol, Solution volume 1000 ml, Soaking time 5 H

--Drying Condition

Atmosphere air, Drying Time 50 H

In this test preparation, the objective was to prevent cracking of the core porous preform during the soaking in the alcohol solution and during the drying; thus no dopants such as  $\text{ErCl}_4$  and/or  $\text{AlCl}_4$ , ( $\text{ErCl}_4$  and/or  $\text{AlCl}_4$ ;; obvious misprints of  $\text{ErCl}_3$  and/or  $\text{AlCl}_3$ ) etc. were not added

[0014]

[Effect of the Invention] According to the manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform related to the present invention, the circumference of the core porous preform is covered by a protective layer composed of silica fine particles, the obtained protective layer attached core porous preform is soaked in an alcohol solution containing rare earth element chloride compound, and this is then pulled up and dried. By this, cracking would occur on the outside rare earth element doped protective layer by the abrupt drying; however, the drying speed of the inside rare earth doped core porous preform would be suppressed by the presence of the rare earth element doped protective layer so that the occurrence of cracking to the core porous preform can be prevented. Because of this, the breakage to the preform during the consolidation to transparent glass in a dehydration-sintering equipment can be prevented to enhance the production yield.

[0015] And, based on the present invention, the rare earth element chloride compound can be doped while the surface of the core porous preform is maintained in smooth condition; as a result, a rare earth element doped optical fiber possessing superior amplification performance can be manufactured.

[0016] And, since the protective layer composed of silica fine particles would crack by the drying after the rare earth element chloride compound containing alcohol solution

soaking; thus after the drying, the protective layer can be easily removed from surface of the rare earth element doped core porous preform.

[0017] Furthermore, by the protective layer composed of silica fine particles, when the core porous preform wrapped with the protective layer is soaked in the rare earth element chloride compound containing alcohol solution, it can be protected from doping of foreign materials.

[0018] Moreover, by making the bulk density of the protective layer lower than the bulk density of the core porous preform, due to the density difference between the two, the protective layer removal operation after the drying can be performed much easier.

[0019] Further, in setting the protective layer to a suitable layer number so that the protective layer would not be stripped off during the soaking in the rare earth element chloride compound containing alcohol solution and during the drying of the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a and after the drying of the rare earth element doped protective layer attached core porous preform, the protective layer can be easily stripped off from the surface of the core porous preform, the protective layer would not be stripped off during the soaking in the rare earth element chloride compound containing alcohol solution and during the drying of the rare earth element doped protective layer attached core porous preform 11a, but it can be easily stripped off (separated) from the surface of the core porous preform.

[Brief Explanation of Figures]

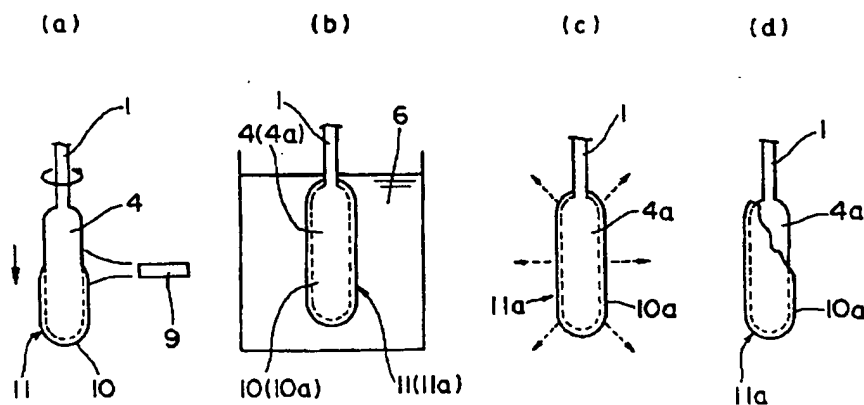
Fig 1 (a)—(d) are the process diagrams of an example of the implementation mode in the manufacturing method of the rare earth element doped optical fiber preform related to the present invention.

Fig 2 is the process diagrams of the manufacturing method of the conventional rare earth element doped optical fiber preform.

[Illustration of Symbols]

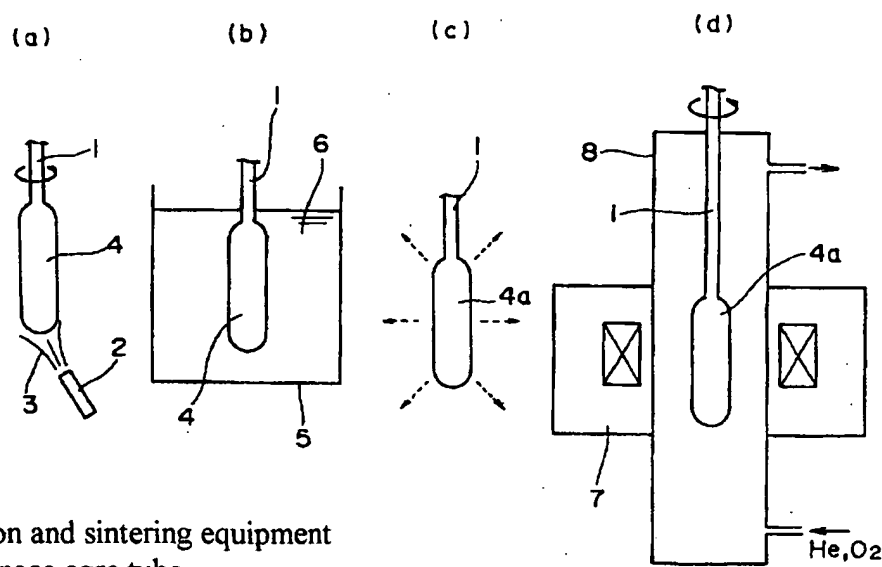
- 1.....quartz target rod
- 2.....core burner
- 3.....flame
- 4.....core porous preform
- 4a.....rare earth element doped core porous preform
- 5.....soaking (impregnation) tub
- 6.....rare earth element chloride compound containing alcohol solution
- 7.....dehydration and sintering equipment
- 8.....quartz furnace core tube
- 9.....protective layer deposition burner
- 10....protective layer
- 10a...rare earth element doped protective layer
- 11....protective layer attached core porous preform
- 11a...rare earth element doped protective layer attached core porous preform

Fig 1



1...quartz target rod; 2...core burner; 4...flame; 4...core porous preform;  
 4a...rare earth element doped core porous preform; 5...soaking (impregnation) tub;  
 6...rare earth element chloride compound containing alcohol solution;  
 9...protective layer deposition burner; 10...protective layer;  
 10a...rare earth element doped protective layer; 11...protective layer attached core  
 porous preform; 11a...rare earth element doped protective layer attached core porous  
 preform

Fig 2



7.....dehydration and sintering equipment  
 8.....quartz furnace core tube

An amendment was submitted on May 20, 1996 by which the section [0007] [The Means Used to Solve the Problem] was amended.

(This amendment was incorporated in the translation.)